

УДК 378.046.4:543.423

ОПЫТ РАБОТЫ КУРСОВ ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ В ОБЛАСТИ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Д.Г.Лисиенко, М.А.Домбровская, В.Ю.Кара-Ушанов
Уральский государственный технический университет – УПИ
620002, Екатеринбург, Мира, 19
lisienko@dpt.ustu.ru

Рассмотрена структура учебного плана и особенности постановки курсов повышения квалификации специалистов аналитических служб по атомно-эмиссионному спектральному анализу с применением многоканальных анализаторов эмиссионных спектров в Уральском государственном техническом университете.

Лисиенко Дмитрий Георгиевич – доцент кафедры физико-химических методов анализа УГТУ-УПИ, кандидат химических наук, куратор модуля курсов повышения квалификации.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный анализ, метрологическое обеспечение методов анализа

Автор около 130 научных работ.

Домбровская Маргарита Адамовна – доцент кафедры физико-химических методов анализа УГТУ-УПИ, кандидат химических наук.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный анализ, метрологическое обеспечение методов анализа

Автор более 50 научных работ.

Кара-Ушанов Владимир Юрьевич – доцент кафедры вычислительной техники УГТУ-УПИ, кандидат физико-математических наук.

Область научных интересов: информационные технологии

Автор более 30 научных работ.

В ГОУ ВПО Уральский государственный технический университет – УПИ, начиная с 2001 г., на базе кафедры «Физико-химические методы анализа» физико-технического факультета функционируют курсы повышения квалификации инженерно-технических работников аналитических служб «Методы аналитической химии», один из модулей которых предполагает изучение атомно-эмиссионного спектрального анализа (объем модуля – 72 ч). В связи с широким внедрением на предприятиях Уральского региона многоканальных анализаторов эмиссионных спектров (МАЭС) ВМК Оптоэлектроника возникла потребность ориентации варианта модуля на подробное изучение особенностей регистрации спектров твердотельными детекторами. В настоящее время рассматриваемый модуль состоит из четырех основных блоков – теории спектрального анализа, спектральные приборы, программа «АТОМ» и работа с ней, метрология химического анализа.

Общетеоретическая часть (28 ч) базируется на классическом анализе процессов, происходящих в источниках возбуждения спектров. При этом подробно рассматриваются процессы конверсии вещества пробы в плазму, атомизации молекул и ионизации атомов, возбуждения образующихся атомов и ионов, излучения ими атомно-эмиссионных спектров. Обосновывается уравнение связи интенсивности спектральной линии атома с определяющими ее величинами – температурой плазмы, концентрацией электронов, составом плазмы, условиями поступления вещества в зону возбуждения, зависящими от состава и структуры проб. В итоге подобное рассмотрение позволяет восстановить и углубить знания слушателей о закономерностях формирования интенсивности спектральных линий, зависимости аналитического сигнала от условий анализа, концентрации определяемого компонента. Особое внима-

ние уделяется необходимости применения, принципам подбора элемента сравнения и его линии. В этой части курса также обсуждаются особенности, аналитические характеристики и области применения основных источников возбуждения атомно-эмиссионных спектров – пламен, дуговых разрядов постоянного и переменного тока (в том числе, среднечастотного дугового разряда генератора Везувий), низковольтного и высоковольтного искровых разрядов, тлеющих разрядов (разряд в полом катоде, разряд Гримма) и высокочастотных разрядов, дается обзор последних достижений в области создания новых источников.

Второй блок (8 ч) посвящен изучению принципов работы, характеристик и конструктивных особенностей современных спектральных приборов, главным образом тех, на которых устанавливаются МАЭС – ИСП-30, МФС-6, -8, СТЭ-1, ДФС-452, -458, ДФС-8, -13, PGS-2. Изучается также устройство систем освещения щели спектрографов и их настройка. Для демонстрации преимуществ МАЭС кратко рассматриваются различные традиционные способы регистрации спектров.

Основной блок (28 ч) посвящен специальной подготовке слушателей в области регистрации спектров МАЭС и пользованию программой “АТОМ”. В форме лекций (8 ч) рассматриваются структура и принципы работы комплекса МАЭС, формирование с его помощью первичной информации о спектральном составе излучения. Обсуждаются особенности градуировки устройства по длинам волн (профилирования) и контроля за ее состоянием. Значительное внимание уделено изучению алгоритмов поиска спектральной линии и ее границ, способов измерения интенсивности спектральной линии (амплитуда, интеграл, площадь), вариантов учета фонового сигнала и вклада мешающих линий. Приводятся рекомендации по выбору способа формирования аналитического сигнала и критерии, позволяющие оценить его эффективность и основанные на сравнении характеристик сходимости, вида градуировочного графика, дисперсии адекватности градуировки. Обсуждаются также алгоритмы описания градуировочных зависимостей, предлагаемые программой “АТОМ”, статистические критерии для оценки сходимости измерений и качества выполненной градуировки.

Практическое освоение МАЭС проводится в компьютерном классе, где в распоряжение каждого слушателя предоставляется ПЭВМ с программой “АТОМ” и набором учебных файлов данных. Вначале дается общий обзор программного обеспечения, средств управления программой. Пос-

ле этого проводится подробное знакомство с режимом “АНАЛИЗ”, выполняется анализ структуры окон СПЕКТР, ГРАФИК, ТАБЛИЦА и даются рекомендации по установке их параметров. Для окна СПЕКТР демонстрируются различные приемы работы со спектром пробы, использования информации банка спектральных линий (*.mnd-файла), корректировки текущего профилирования. В окне ТАБЛИЦА в модельных файлах слушатели в индивидуальном порядке под руководством преподавателей приобретают опыт выбора аналитических и реперных линий, линий сравнения, регистрируемого аналитического сигнала, способов построения градуировочного графика, расчета концентраций, создания отчета и выдачи результатов анализа. Предусмотрено знакомство с режимами “СПЕКТРАЛЬНЫЕ ЛИНИИ”, “ПРОФИЛИРОВАНИЕ”, “КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ”. Дается представление об особых возможностях работы со спектрами, о преобразовании таблицы *.dat - файла в текстовый формат и передачи полученной информации для дальнейшей обработки в EXCEL.

Лабораторные занятия проводятся на реальных установках, собранных благодаря спонсорской помощи ВМК Оптоэлектроника на основе спектрографов PGS-2 с генератором UBI-2 или с применением лазерного микроанализатора LMA-10. В ходе занятий обсуждаются вопросы контроля технического состояния устройства, выбора режимов измерения, первичного создания и последующего использования .dat-файлов, регистрации и отображения кривых выгорания, печати результатов анализа. Завершается цикл контрольным заданием, в котором слушателям предлагается для ранее отрегистрированных спектров стандартных образцов и проб (металлов и сплавов, геологических объектов, чистых веществ и т.д.) создать полную оболочку рабочего файла и обосновать выбор всех операционных условий программы “АТОМ”.

Учитывая, что данные, содержащиеся в рабочих .dat - файлах, просто преобразуются в текстовый формат (.txt) и в таком виде могут быть переданы в различные Windows-приложения, учебным планом предусмотрен цикл компьютерных упражнений (8 часов), посвященный изучению возможностей Excel и Access в практической работе инженера спектральной лаборатории. Важная цель этой части курса - дать уверенность слушателям в том, что используя эти высокоуровневые программные среды даже непрограммирующий профессионал может по-новому организовывать информацию на своем рабочем месте.

В ходе выполнения различных заданий слушатели осваивают связь табличной и графической форм представления данных в Excel, применяют линии тренда для аппроксимации результатов эксперимента, специальные функции для получения статистических характеристик, строят гистограммы распределения результатов эксперимента, а также знакомятся с надстройкой Excel «Пакет анализа». В качестве примера задачи, решаемой средствами Access, рассматривается упрощенный вариант «Организация работы лаборатории спектрального анализа», дающий возможность представить в базе данных информацию разного типа: в текстовом и в числовом виде, в виде даты, в графическом виде (OLE-объектов), в виде гиперссылок на другие источники данных (файлы Excel). Создавая таблицы Access, слушатели учатся устанавливать корректные связи между ними, наполнять базу данных содержательной информацией, конструировать актуальные в текущей работе запросы к базе данных.

Последний блок (8 ч) предусматривает знакомство слушателей курсов с новыми основополагающими документами в области метрологии аналитических измерений – ГОСТ Р ИСО 5725, МИ 2335, МИ 2336, ГОСТ Р 50779.42, изменениями в терминологии, введенными этими документами. Значительное внимание уделяется изучению алгоритмов определения показателей качества результатов анализа при реализации методик

выполнения измерений, способов оперативного контроля качества аналитической работы, в том числе с использованием контрольных карт Шухарта. В программной среде EXCEL поставлена практическая работа по обработке данных для расчета характеристик повторяемости, прецизионности, правильности измерений на основе применения образцов для оценивания.

По желанию слушателей организуются экскурсии в аналитические лаборатории предприятий и организаций г. Екатеринбурга, где они могут детально обсудить со специалистами конкретные интересующие их проблемы. Наиболее часто посещаемыми являются УНИИМетрологии, УИМеталлов, Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов, Уралредмет, Институт Высокотемпературной электрохимии УрО РАН, ИСО Чермета и др.

По окончании курсов слушателям выдается удостоверение установленного государством образца.

В виду сложности изучаемого материала и необходимости индивидуального подхода к каждому слушателю для занятий формируются относительно небольшие группы, оптимально по 5-8 человек. Оформление ведется в форме договора с УГТУ-УПИ по предварительной заявке предприятия. Занятия на курсах проводятся 2-3 раза в год во второй половине сентября, января и июня. К настоящему времени обучение прошли около 40 специалистов из различных регионов России и ближнего зарубежья (см. рис).



Предприятия, специалисты которых прошли повышение квалификации на курсах в УГТУ-УПИ

* * * * *

EXPERIENCE OF WORK OF QUALIFICATION IMPROVEMENT COURSES ON ATOMIC-EMISSION SPECTRAL ANALYSIS

D.G. Lisienko, M.A. Dombrovskaya, V. Yu. Kara-Ushanov

The structure of the educational plan and features of organization of courses of improvement of qualification of the specialists of analytical services on atomic-emission spectral analysis with application of multichannel analyzers of emission spectra at the Ural state technical university is considered.